

FLAME-RETARDANT POLYESTER FIBER

Patent number: JP2002129430
Publication date: 2002-05-09
Inventor: MATSUDA MASAHISA; NAKAMURA RYOJI;
TAKEUCHI HIDEO
Applicant: TOYO BOSEKI
Classification:
- International: **C08G63/692; D01F6/84; C08G63/00; D01F6/84; (IPC1-7): D01F6/84; C08G63/692**
- european:
Application number: JP20000315606 20001016
Priority number(s): JP20000315606 20001016

Report a data error here

Abstract of JP2002129430

PROBLEM TO BE SOLVED: To economically and efficiently provide a polyester fiber prevented from cross section deformation in undergoing crimp processing, i.e., fiber flattening or fusion and having stable flame retardance for a long time. **SOLUTION:** This polyester fiber is made from a polyester copolymerized with a phosphorus compound containing 500-50,000 ppm phosphorus atom and has a specified correlation between specific gravity and birefringence.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-129430

(P2002-129430A)

(43) 公開日 平成14年5月9日 (2002.5.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
D 0 1 F 6/84	3 0 6	D 0 1 F 6/84	3 0 6 A 4 J 0 2 9
C 0 8 G 63/692		C 0 8 G 63/692	4 L 0 3 5

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2000-315606 (P2000-315606)

(22) 出願日 平成12年10月16日 (2000.10.16)

(71) 出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72) 発明者 松田 全央

福井県敦賀市東洋町10番24号 東洋紡績株式会社つるが工場内

(72) 発明者 中村 良司

福井県敦賀市東洋町10番24号 東洋紡績株式会社つるが工場内

(72) 発明者 竹内 秀夫

大阪市北区堂島浜二丁目2番8号 東洋紡績株式会社本社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 難燃性ポリエステル繊維

(57) 【要約】

【解決課題】 捲縮加工時の断面変形即ち繊維の潰れや融着を防止し、かつ長期に安定した難燃性を有するポリエステル繊維を経済的かつ効率良く得ること。

【解決手段】 リン原子の含有量が500～50,000ppmのリン化合物を共重合したポリエステルからなる特定の比重と複屈折率の関係を有するポリエステル繊維。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 リン原子の含有量が 500～50,000 ppm のリン化合物を共重合したポリエステルからなるポリエステル繊維であって、下記特性を同時に満足することを特徴とする難燃性ポリエステル繊維。

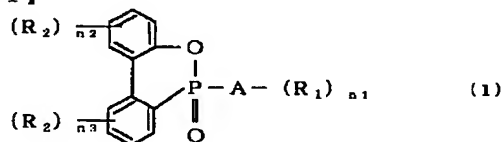
$$1. \quad 343 \leq SG \leq 1.365$$

$$1. \quad 314 \leq SG - 0.75 \times \Delta n \leq 1.330$$

(ここで、SG は比重 (g/cm^3) を Δn は複屈折をそれぞれ表す。)

【請求項 2】 ポリエステル繊維が、下記一般式 (1) で示されるリン化合物を添加して得られた共重合ポリエステルからなることを特徴とする請求項 1 記載の難燃性ポリエステル繊維。

【化 1】



(式中、R1 は 1 価のエステル形成性官能基であり、R2、R3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 1～10 個の炭化水素基、R1 より選ばれ、A は 2 価もしくは 3 価の有機残基を表す。また、n1 は 1 又は 2 であり、n2、n3 はそれぞれ 0～4 の整数を表す。)

【請求項 3】 ポリエステル繊維の単糸デニールが 0.3～10.0 であることを特徴とする請求項 1 記載の難燃性ポリエステル繊維。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、低配向でありながら配向結晶化したポリエステル繊維であり、仮撚り加工を行っても断面変形や融着が発生し難いことを特徴とする難燃性ポリエステル繊維に関する。

【0002】

【従来の技術】 ポリエステル繊維は取り扱いやすく、さらに価格の面でも他の合成繊維に比べて有利であり極めて広い用途を有している。しかし、繊維自体が均一がゆえに天然繊維が元来有しているような高剛性はなく、用途によっては高剛性を付与するために、撚縮加工である仮撚り加工が行われる。仮撚り加工方法としては、一旦、延伸糸とした後に仮撚り加工を行う所謂アウトロー仮撚りと、延伸と仮撚りを同時に行う所謂インドロー仮撚りがあるが、コストの点から工程数の少ないインドロー仮撚りが主流である。しかしながら、インドロー仮撚りに供給される糸は高配向未延伸糸 (POY) であるために延伸糸に比べて結晶化度が低く、仮撚り加工時に融着や断面変形が生じるといった問題があった。

【0003】 また、近年の傾向として消費者のニーズの多様化により機能性を有するポリエステル繊維の開発が

盛んになってきており、種々の機能性繊維が開発されている。中でも防災に対する意識の向上あるいは法整備に伴う難燃規制の強化等、一般、公共を問わず難燃製品に対する関心が高まってきている。特にホテル、旅館、病院、福祉施設等で使用されるインテリア関連商品では難燃性の付与が必須であり、様々な難燃製品が使用されている。

【0004】 しかしながら、従来の難燃製品に関しては燃焼時に有害ガスが発生したり、後加工工程で繊維表面に難燃剤を固着させたために製品の風合いが粗硬であったり、また洗濯による難燃耐久性に欠けるなど多くの問題点があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記問題点を克服し、従来の方法では達成し得なかった撚縮加工時の断面変形即ち繊維の潰れや融着を防止し、かつ長期に安定した難燃性をも有するポリエステル繊維を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、本発明に到達した。即ち本発明は、リン原子含有モノマーを共重合して得られる難燃性のポリエステルを用いて低配向で配向結晶化させることにより、仮撚り加工時に発生する断面変形や融着を防ぐものであり、発明の内容は以下の構成よりなる。即ち、リン原子の含有量が 500～50,000 ppm のリン化合物を共重合したポリエステルからなるポリエステル繊維であって、下記特性を同時に満足することを特徴とする難燃性ポリエステル繊維である。

$$1. \quad 343 \leq SG \leq 1.365$$

$$1. \quad 314 \leq SG - 0.75 \times \Delta n \leq 1.330$$

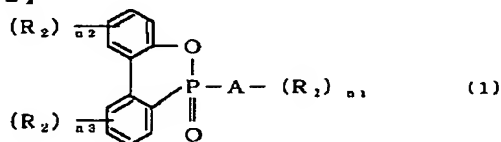
(ここで、SG は比重 (g/cm^3) を Δn は複屈折をそれぞれ表す。)

更に具体的には、ポリエステル繊維が、下記一般式

(1) で示されるリン化合物を添加して得られた共重合ポリエステルからなることを特徴とする上記記載の難燃性ポリエステル繊維。

【0007】

【化 2】



【0008】 (式中、R1 は 1 価のエステル形成性官能基であり、R2、R3 は同じか又は異なる基であって、それぞれハロゲン原子、炭素原子数 1～10 個の炭化水素基、R1 より選ばれ、A は 2 価もしくは 3 価の有機残基を表す。また、n1 は 1 又は 2 であり、n2、n3 はそれぞれ 0～4 の整数を表す。)

【0009】ポリエステル繊維の単糸デニールが0.3～10.0であることを特徴とする上記記載の難燃性ポリエステル繊維。

【0010】以下、本発明について詳細に説明する。本発明におけるポリエステルとは、主たる酸成分がテレフタル酸またはそのエステル誘導体、主たるグリコール成分がエチレングリコールからなるものであるが、酸成分として20モル%以下の脂肪族ジカルボン酸またはこれらのエステル形成誘導体、芳香族ジカルボン酸またはこれらのエステル形成性誘導体を共重合成分として含むことができる。また、酸成分の20モル%以下のオキシカルボン酸またはそのエステル形成性誘導体を含むこともできる。グリコール成分としては20モル%以下のプロピレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、1,10-デカメチレングリコール、4,4-ジヒドロキシビスフェノール、1,4-ビス(β-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、2,5-ナフタレンジオール、これらのグリコールにエチレンオキサイドが付加したグリコール、ポリエチレングリコール等を含むことができる。

【0011】また、これらポリエステル繊維中には少量の他の任意の重合体や酸化防止剤、制電剤、染色改良剤、染料、顔料、艶消し剤その他の添加剤が含有されて

いても良い。

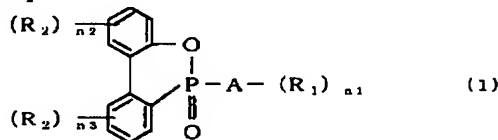
【0012】本発明の難燃性ポリエステル繊維に用いるポリマーは、リン原子を含有するリン化合物が共重合されたポリエステルであり、リン化合物とは、ポリエステルの構成成分であるジカルボン酸やジオールと反応してポリエステルに共重合することができる化合物である。このリン化合物のなかで好ましい化合物は、ポリエステルの側鎖及び／又は末端にリン原子を導入することができる化合物であり、側鎖にリン原子を導入できる化合物が特に好ましい。

【0013】このリン化合物の例としては、上記一般式(1)で示される化合物が挙げられる。

【0014】更に、一般式(1)の化合物の具体的な化合物としては下記a～βの化合物が挙げられる。

【0015】

【化3】



【0016】

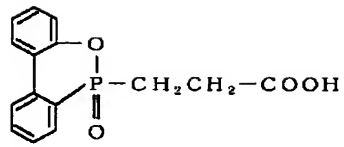
【化4】

(4)

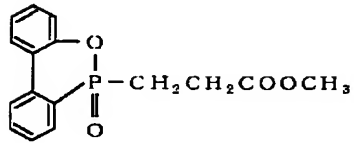
特開 2002-129430

5

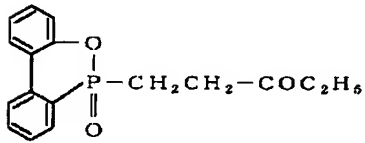
6



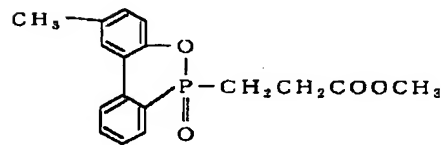
(a)



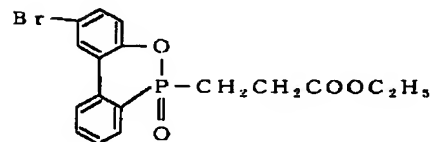
(b)



(c)



(d)



(e)

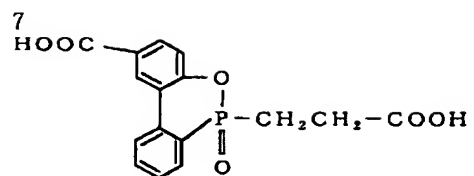
【0017】

【化5】

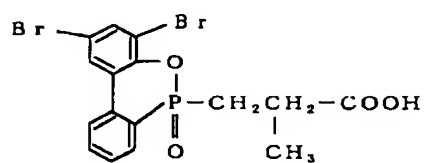
(5)

特開 2002-129430

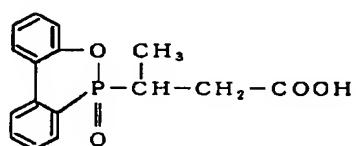
8



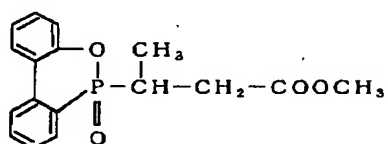
(f)



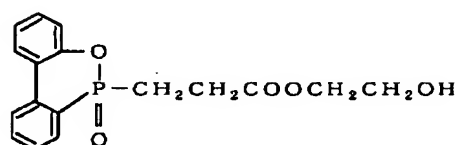
(g)



(h)



(i)



(j)

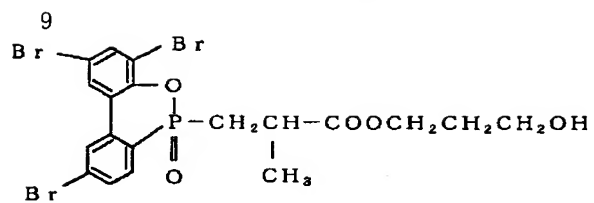
【0018】

【化6】

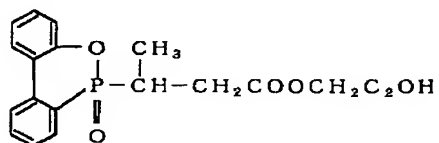
(6)

特開 2002-129430

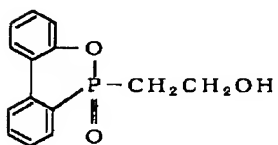
10



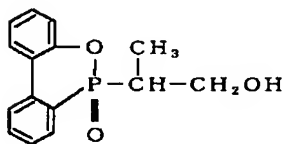
(k)



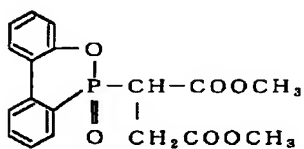
(l)



(m)



(n)



(o)

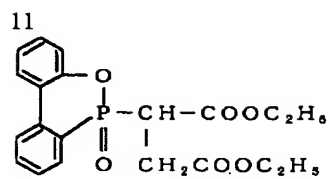
【0019】

【化7】

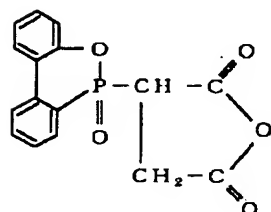
(7)

特開 2002-129430

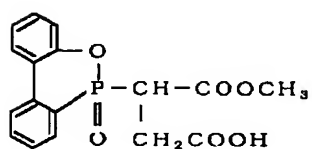
12



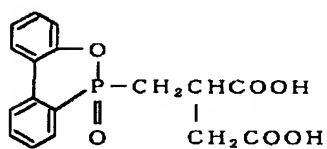
(p)



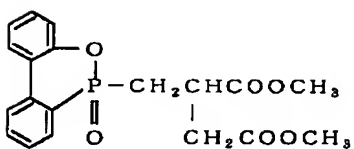
(q)



(r)



(s)



(t)

【0020】

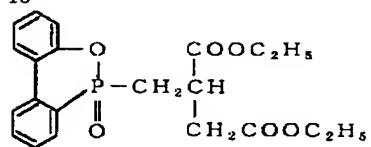
【化8】

(8)

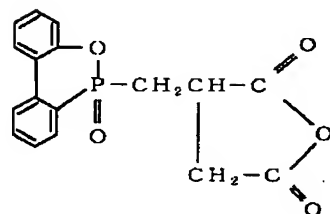
特開 2002-129430

14

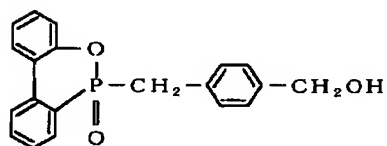
13



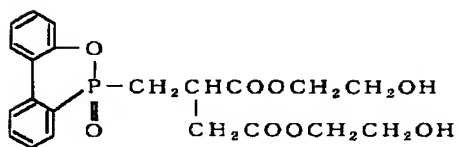
(u)



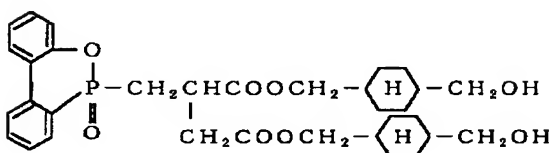
(v)



(w)



(x)

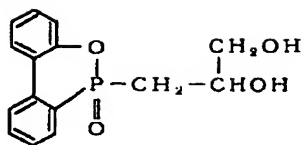


(y)

【0021】

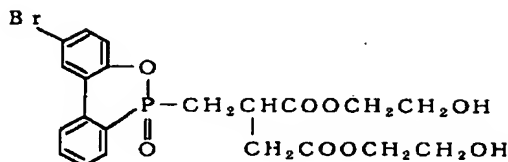
【化9】

15

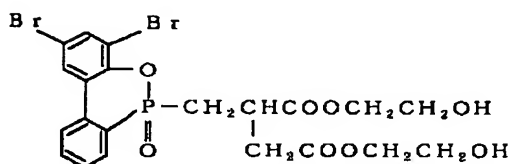


16

(z)



(a)



(β)

【0022】本発明における難燃性ポリエステル繊維の製造に用いられる、共重合ポリエステルは、例えば特公昭55-41610号公報に記載されるような公知の方法で重合することができるが、該共重合ポリエステを押出機より吐出し、引取り速度2500m/分～4000m/分の範囲で熔融紡糸することが本発明に係るポリエステル繊維を得る上で肝要な事項である。更にその際、口金温度は通常のポリエステルの熔融紡糸で設定される温度よりも10～30℃低い温度に設定し、かつ口金面より冷却風の吹出し開始までの距離を40mm以下にすることが肝要である。

【0023】本発明における難燃性ポリエステル繊維に用いられている共重合ポリエステルのリン原子の含有量は500～50,000ppmであり、500ppm未満であると難燃性能が劣るばかりか、低配向で配向結晶化させることが困難となる。また、50,000ppmを超えるとリン原子を含有するリン化合物の共重合量を多くする必要があり、その結果、ポリマーの融点が著しく低下し、紡糸が困難となるばかりか、仮撚り加工での糸掛け性が困難となり、さらには断面変形や融着も発生しやすくなると共に、得られた繊維の強度も低下するため好ましくない。より好ましくは1,500～30,000ppmである。

【0024】本発明における難燃性ポリエステル繊維は下記特性を同時に満足する必要がある、

1. $343 \leq SG \leq 1.365$

1. $314 \leq SG - 0.75 \times \Delta n \leq 1.330$

(ここで、SGは比重(g/cm^3)を Δn は複屈折をそれぞれ表す。)

SG<1.343であると結晶化が不十分であり、断面変形や融着が発生しやすくなり、SG-0.75× Δn <1.314の領域は通常のポリエステルを用いて高速紡糸を行うことにより得られるため本発明の目的を達し

ない。一方、SG>1.365であると、結晶化が進みすぎ糸の伸度が低下するため、仮撚り加工時の延伸倍率が低下し、サージング(撚り伝播斑)が発生し易くなるために高速加工性に劣る。SG-0.75× Δn >1.330の領域の繊維は通常の熔融紡糸では作製が困難である。好ましくは、 $1.344 \leq SG \leq 1.364$ 、 $1.315 \leq SG - 0.75 \times \Delta n \leq 1.329$ である。

【0025】さらに、本発明における難燃性ポリエステル繊維の単繊維繊度は0.3～10.0デニールであり、0.3デニール以下であると紡糸時に糸切れが発生しやすく安定操作が困難となる、また、10.0デニールを超えると風合いが硬くなり好ましくない。より好ましくは0.5～6.0デニールである。

【0026】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明する。なお、本発明の評価に用いた方法は以下の通りである。

【0027】(SG;比重)硝酸カルシウム4水和物と浄水の混合液からなる密度勾配管により30℃で測定したn=3の平均値とした。

【0028】(Δn ;複屈折)ベレックコンペンセーターを装着した偏向顕微鏡によりレターデーションと繊維径により求めたn=5の平均値とした。

【0029】(難燃性評価)消防安第65号に準拠して限界酸素指数(LOI)で評価した。

【0030】(実施例1)テレフタル酸をカルボン酸成分とし、エチレングリコールをグリコール成分とし、前記のリン含有化合物(s)をリン原子含有量が6000ppmとなるよう共重合させたリン含有共重合ポリエステルを用いて紡糸温度262℃、引取り速度3000m/分で熔融紡糸して得た245デニール48フィラメントの高配向未延伸糸を、ベルト仮撚り機により加工速度600m/分、延伸倍率1.6倍、第1ヒーター温度17

20

30

40

50

5℃、ベルト角度107°、ベルト速度比1.45倍で仮撚り加工することにより仮撚り加工糸を得た。得られた加工糸は断面変形、融着共になく、嵩高性に優れた糸であった。

【0031】（実施例2）引取り速度を3500m/分として得られた、225デニール48フィラメントの高配向未延伸糸を延伸倍率を1.48倍、ベルト速度比を1.432として仮撚り加工した以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共になく、嵩高性に優れた糸であった。

【0032】（実施例3）リン原子含有量が3500ppmとなるよう共重合させたリン含有共重合ポリエステルを用いて引取り速度を3200m/分として熔融紡糸して得られた、235デニール48フィラメントの高配向未延伸糸を延伸倍率を1.579倍、ベルト速度比を1.498として仮撚り加工した以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共になく、嵩高性に優れた糸であった。

【0033】（実施例4）高配向未延伸糸のデニールおよびフィラメントを220デニール216フィラメントとし加工速度を550m/分、延伸倍率を1.555倍、ベルト速度比を1.454として仮撚り加工した以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共になく、嵩高性に優れた糸であった。

【0034】（比較例1）引取り速度を2000m/分とし、仮撚り加工時の延伸倍率を2.501、ベルト速度比を1.513とした以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共に生じていた。

【0035】（比較例2）引取り速度を4500m/分とし、仮撚り加工時の延伸倍率を1.300倍、ベルト速度比を1.411とした以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共に発生していなかったが、加工糸の毛羽が多く製品として使用できない糸であった。

【0036】（比較例3）引取り速度を2000m/分として熔融紡糸して得られた280デニール216フィラメントの高配向未延伸糸を用いて加工速度を550m/分、延伸倍率を2.489倍、ベルト速度比を1.513として仮撚り加工した以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共に生じて入た。

【0037】（比較例4）リン原子含有量が400ppmとなるよう共重合させたリン含有共重合ポリエステルを用い、加工速度を650m/分、仮撚り加工時の第1ヒーター温度を190℃とした以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着、断面変形共になく、嵩高性に優れた糸であったが、難燃性に劣っていた。

【0038】（比較例5）リン原子含有量が52,000ppmとなるよう共重合させたリン含有共重合ポリエステルを用いて引取り速度を3000m/分として熔融紡糸して得られた、225デニール48フィラメントの高配向未延伸糸を延伸倍率を1.480倍、ベルト速度比を1.432として仮撚り加工した以外は実施例1と同法にて加工糸を得た。得られた加工糸は融着は発生していなかったが、断面変形を生じていた。さらに、加工糸の強度も低くなっていた。

10 【0039】
【表1】

実施例	ポリマー P原子含有量 (ppm)	紡糸速度 (m/分)	引取り速度 (m/分)	フィラメント デニール/フィラメント数	延伸率 (%)	Δn	SS (g/分)	YS (m/分)	DR	VR	α [*] 撚り角度 (°)	HI (°C)	強度 (g/d)	伸度 (%)	LOI	加工糸特性			備考
																融着	断面変形	燃焼	
実施例1	6000	3000	3000	245/48	5.1	0.033	1.3451	600	1.600	1.498	107	180	3.62	35.3	28	○	○	○	なし
実施例2	6000	3500	3500	225/48	4.7	0.037	1.3506	600	1.480	1.432	107	180	3.58	35.2	28	○	○	○	なし
実施例3	3500	3200	3200	235/48	4.9	0.034	1.3449	600	1.579	1.498	107	180	3.60	34.8	28	○	○	○	なし
実施例4	6000	3000	3000	207/216	1.0	0.039	1.3511	550	1.555	1.454	107	180	3.42	34.0	28	○	○	○	なし
比較例1	6000	2000	2000	375/48	5.9	0.018	1.3417	600	2.501	1.522	107	180	3.71	33.9	28	×	×	×	多量
比較例2	6000	4500	4500	195/48	4.1	0.046	1.3562	600	1.300	1.411	107	180	3.27	35.8	28	○	○	○	多量
比較例3	6000	2000	2000	315/216	1.3	0.020	1.3416	550	2.489	1.522	107	180	3.55	35.0	28	×	×	×	多量
比較例4	400	3000	3000	245/48	5.1	0.043	1.3431	650	1.600	1.498	107	190	4.81	35.1	24	○	○	○	難燃性に劣る
比較例5	52000	3000	3000	225/48	4.7	0.028	1.3411	600	1.490	1.432	107	180	2.88	37.2	30	○	×	×	多量

LOI：消防試験65時に試験して判定。

YS：加工速度

DR：延伸倍率

VR：α^{*} 撚り角度

HI：撚り撚り温度

SS：比重

Δn：断面折

【0040】

【発明の効果】本発明によれば、撚縮加工時の断面変形即ち繊維の潰れや融着を防止し、かつ長期に安定した難

燃性をも有するポリエステル繊維を経済的かつ効率良く * * 得ることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J029 AA01 AB07 AC02 AD10 AE02
BA01 BA02 BA03 BA08 BA10
BB05B BB13A BC05A BF23
BF25 BF26 BH03 CB06A
CH03 DC04 EF03 FA19 FB18
HA01 HA02 HB01 HB03A
HB06 JC552 JD05 JF452
KB02 KB03
4L035 BB32 BB33 EE14 FF08

THIS PAGE BLANK (USPTO)